东北龙胆地上部分中齐墩果酸和熊果酸的提取和分离

的提取和分离

黑龙江省科学院自然资源所(哈尔滨 150040) 林克勤 马志军 于雪莹 王宏韬

东北龙胆 *Gentiana manshurica kitag* 为龙胆科多年生草本植物, 中医常用根作为“泻肝火, 清湿热, 健胃”的常用中药, 也是商品关龙胆的主流。近年由于过量采挖, 野生资源减少, 为了满足用药, 人工栽培研究成功, 东北地区有大量人工栽培。由于中医习惯龙胆只用根及根茎入药, 大量地上资源成为废料丢掉。今探讨龙胆地上资源的药用, 对其地上部分有效成分进行研究, 从中首次分离出有效成分齐墩果酸与熊果酸, 具有药理作用[1~6]。

1 提取和分离

取2~5年生东北龙胆地上部分粉碎成粗粉2kg加2倍石油醚, 室温脱脂2次, 滤出石油醚后, 将滤渣晾干。将脱脂后滤渣于适量圆底烧瓶中添加5倍量乙醇煮沸回流3h, 稍冷, 乘热过滤, 滤渣再用上述同倍乙醇再反复回流一次, 过滤, 合并提取液, 将提取液浓缩回收大部乙醇, 残余母液用氯仿、乙酸乙酯、正丁醇分别萃取。

将氯仿部分萃取物浓缩、蒸干。用1%苛性钾乙醇溶液溶解, 过滤, 滤液中加入少量活性炭脱色, 过滤。滤液加入10%盐酸溶液使其酸化至不再出现沉淀为止。滤出上清液, 将下层沉淀滤干, 加入石油醚洗去叶绿素至无色。

将上述滤干物用热甲醇溶解, 趁热过滤, 分为甲醇可溶物(编为1号粗粉)与甲醇不溶物(编为2号粗粉)2部分粗粉。得上述2部分粗粉再进行下述硅胶柱层析分离。

1.1 齐墩果酸柱层析分离: 将上述甲醇可溶部分粗粉(1号粉)2.7g加入150g硅胶柱($\phi 20\text{mm} \times 390\text{mm}$), 以氯仿-丙酮(9.5:0.5)溶剂洗脱, 每流份收集150ml, 共收流份22份每份样品分别浓缩, 以硅胶薄层定性查, 展开溶剂为氯仿-丙酮(9.5:0.5), 显色剂为香兰醛硫酸试液, 第5~8流份, 经薄层检查均为单一相同斑点 $R_f = 0.4$ 。合并第5~8流份。浓缩、蒸干物为0.35g, 乙醇重结晶得白色针晶I。

1.2 熊果酸柱层析分离: 将上述甲醇不溶物粗粉(2号粉)0.95克加入140g硅胶柱, 以氯仿-丙酮(9.5:0.5)溶剂洗脱, 每流份150ml, 收集5份, 将各流份浓缩物以上述薄层条件进行定性检查, 显示2~3流份为同一物, $R_f = 0.28$, 将第2~3流份合并蒸干, 用乙醇重结晶得白色针晶(晶II)。

2 鉴定

晶I: 白色针晶(乙醇), mp 308~310°C(与文献[7]一致), 本品可溶于热甲醇、乙醇、氯仿、乙醚。L-B试剂呈正反应, 与已知齐墩果酸标准品对照, 进行TLC R_f 值相同($R_f = 0.4$)。IR光谱与已知齐墩果酸标准品的IR光谱一致。确证晶I为齐墩果酸。

II: 白色结晶(乙醇), mp 285~287°C(与文献[8]一致)。本品可溶于热乙醇、氯仿、乙醚, L-B试剂呈正反应, 与已知熊果酸标准品对照进行TLC R_f 值一致($R_f = 0.28$), IR光谱与已知熊果酸标准品的IR光谱一致。确证晶II为熊果酸。

参 考 文 献

- 1 湖南医工所. 中草药通讯, 1975, 5(3): 47
- 2 韩德五, 等. 中草药通讯, 1977, 7(4): 32
- 3 韩德五, 等. 中医杂志, 1981, (3): 217
- 4 马学惠, 等. 药学学报, 1982, 17(2): 91
- 5 南京药学院. 中草药通讯, 1976, 6(9): 15
- 6 赵武述, 等. 中草药, 1990, 21(3): 17
- 7 国家医药管理局中草药情报中心站. 植物药有效成分手册. 1986. 786
- 8 国家医药管理局中草药情报中心站. 植物药有效成分手册. 1986. 1102

(1994-08-22收稿)

本刊现有1985~1994年各年合订本, 每本40元, 有购买者请将款
邮寄至《中草药》杂志编辑部黄永谦收, 款到寄刊。